

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of :

Ricardo SAN MARTIN et al.

Serial No. :

Filed : August 19, 2003

For : PROCEDURE TO INHIBIT OR ELIMINATE ACID GAS GENERATED IN  
PROCESS OF ELECTROWINNING OF COPPER

**SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT(S)**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

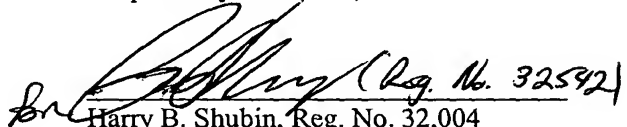
Submitted herewith is a certified copy of each of the below-identified document(s),  
benefit of priority of each of which is claimed under 35 U.S.C. § 119:

COUNTRY	APPLICATION NO.	FILING DATE
CHILE	1869-2002	19 AUG 02

Acknowledgment of the receipt of the above document(s) is requested.

No fee is believed to be due in association with this filing, however, the Commissioner is  
hereby authorized to charge fees under 37 C.F.R. §§ 1.16 and 1.17 which may be required to  
facilitate this filing, or credit any overpayment to Deposit Account No. 13-3402.

Respectfully submitted,

  
Harry B. Shubin, Reg. No. 32,004  
Attorney for Applicants

MILLEN, WHITE, ZELANO  
& BRANIGAN, P.C.  
Arlington Courthouse Plaza I  
2200 Clarendon Blvd. Suite 1400  
Arlington, Virginia 22201  
Telephone: (703) 243-6333  
Facsimile: (703) 243-6410

Attorney Docket No.: LOPEZ-4

Date: August 19, 2003  
K:\Lopez\4\Submission of Priority Documents.doc

REPUBLICA DE CHILE



MINISTERIO DE ECONOMIA, FOMENTO Y RECONSTRUCCION  
DEPARTAMENTO DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

**CERTIFICADO OFICIAL**

El Jefe del Departamento de Propiedad Industrial y el Conservador de Patentes de Invención que suscriben, certifican que las copias (22) adjuntas corresponden a una solicitud de Patente de Invención.

Nº 1869 - 2002

Presentada en Chile con fecha:

**19 DE AGOSTO DE 2002**

Firma manuscrita de Rogelio Campusano Sáez.

Rogelio Campusano Sáez  
Conservador de Patentes de Invención




Firma manuscrita de Eleazar Bravo Manríquez.  
Eleazar Bravo Manríquez  
Jefe Departamento de Propiedad Industrial

Santiago, 15 de Julio de 2003.

ORIGINAL

INSTRUCCIONES:

1.- LLENE SOLAMENTE LOS RECUADROS DE TONO ROSADO CON CARACTERES NEGROS DE MAQUINANO MANUSCRITO)  
2.- SE ENTENDE POR PRIORIDAD AQUELLA PROTECCION SOLICITADA O CONCEDIDA ANTERIORMENTE POR EL MISMO INVENTO, GENERALMANTE EN EL EXTRANJERO

22	FECHA DE SOLICITUD	 REPÚBLICA DE CHILE MINISTERIO DE ECONOMIA FOMENTO Y RECONSTRUCCION SUBSECRETARIA DE ECONOMIA DEPTO. PROPIEDAD INDUSTRIAL	11	NUMERO DE PRIVILEGIO
41	DIA MES AÑO		21	NUMERO DE SOLICITUD 1869 2002
12	TIPO DE SOLICITUD	PRIORIDAD: TIPO	ESTADO	DOCUMENTOS ACOMPAÑADOS
<input checked="" type="checkbox"/> PATENTE DE INVENCION <input type="checkbox"/> PATENTE DE PRECAUCIONAL <input type="checkbox"/> MODELO DE UTILIDAD <input type="checkbox"/> DISEÑO INDUSTRIAL <input type="checkbox"/> TRANSFERENCIA <input type="checkbox"/> CAMBIO DE NOMBRE <input type="checkbox"/> LICENCIA	<input type="checkbox"/> PATENTE DE INVENCION <input type="checkbox"/> PATENTE PRECAUCIONAL <input type="checkbox"/> MODELO DE UTILIDAD <input type="checkbox"/> DISEÑO INDUSTRIAL	<input type="checkbox"/> CONCEDIDA <input type="checkbox"/> EN TRAMITE	<input checked="" type="checkbox"/> RESUMEN <input checked="" type="checkbox"/> MEMORIA DESCRIPTIVA <input checked="" type="checkbox"/> PLIEGO DE REIVINDICACIONES <input checked="" type="checkbox"/> DIBUJOS <input checked="" type="checkbox"/> PODER <input checked="" type="checkbox"/> CESION <input checked="" type="checkbox"/> COPIA PRIORIDAD <input checked="" type="checkbox"/> PROTOTIPO	<input type="checkbox"/> CERTIFICADA <input type="checkbox"/> TRADUCIDA AL ESPAÑOL
31	Nº:			
33	PAÍS:			
32	FECHA:			
TITULO O MATERIA DE LA SOLICITUD				
PROCEDIMIENTO PARA INHIBIR O ELIMINAR LA NEBLINA ÁCIDA GENERADA EN PROCESOS DE ELECTROOBTENCIÓN DE COBRE				
71	SOLICITANTE(S): (APELLIDO PATERNO, APELLIDO MATERNO, NOMBRES - CALLE, COMUNA, CIUDAD, PAIS, TELEFONO)			
CORPORACION NACIONAL DEL COBRE DE CHILE Huérfanos 1270, Santiago. PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATOLICA DE CHILE Avenida Libertador Bernardo O'Higgins 340, Santiago Centro				
72	INVENTOR O CREADOR: (APELLIDO PATERNO, APELLIDO MATERNO, NOMBRES - NACIONALIDAD)			
Ricardo Manuel San Martín Gamboa, Verónica Lourdes Escobar González, Alfonso Francisco Otero Marín, Carlos René Espinoza Cavour, Patricia Cecilia Muñoz LLancafí, Manfredo Figueroa Jimenez TODOS CHILENOS				
74	REPRÉSENTANTE: (APELLIDO PATERNO, APELLIDO MATERNO, NOMBRES - CALLE, COMUNA, CIUDAD, TELEFONO)			
CORTEZ NAVIA PEDRO HUERFANOS 1270 PISO 10 FONO 6903004 SANTIAGO				
DECLARO/ DECLARAMOS QUE LOS DATOS QUE APARECEN EN LOS RECUADROS DE TONO ROSADO SON VERDA- DEROS Y TAMBIEN CONOCER EL ART. 44 DE LA LEY Nº 19.039 SOBRE PROPIEDAD INDUSTRIAL Y QUE EL PRE- SENTE DOCUMENTO CONSTITUYE UNA SOLICITUD FORMAL.				
FIRMA Y R.U.T. REPRESENTANTE		FIRMA Y R.U.T. SOLICITANTE		

RECEPCION





(19) **REPUBLICA DE CHILE**  
MINISTERIO DE ECONOMIA  
FOMENTO Y RECONSTRUCCION  
SUBSECRETARIA DE ECONOMIA



DEPARTAMENTO DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

(11) N° REGISTRO

(12) TIPO DE SOLICITUD:



INVENCIÓN



MODELO DE UTILIDAD



PRECAUCIONAL



MEJORA



REVALIDA

(43) Fecha de Publicación:

(51) Int. Cl. °:

(21) Número de Solicitud:

(22) Fecha de Solicitud

(30) Número de Prioridad: (país, n° y fecha)

(72) Nombre Inventor(es): (Incluir dirección)

(71) Nombre Solicitante: (Incluir dirección y tel.)

Corporación Nacional del Cobre de Chile  
Huérfanos 1270, Santiago  
Pontificia Universidad Católica de Chile  
Avenida Libertador Bernardo O'Higgins 340,  
Santiago Centro.

Ricardo Manuel San Martín Gamboa  
Verónica Lourdes Escobar González  
Alfonso Francisco Otero Marín  
Carlos René Espinoza Cavour  
Patricia Cecilia Muñoz LLancafil  
Manfredo Figueroa Jiménez, TODOS CHILENOS  
(74) Representante: (Incluir dirección y teléfono)

(54) Título de la Invención: (máximo 330 caracteres)

**PROCEDIMIENTO PARA INHIBIR O ELIMINAR LA NEBLINA ÁCIDA  
GENERADA EN PROCESOS DE ELECTROOBTENCIÓN DE COBRE**

(57) Resumen: (máximo 1600 caracteres)

Se describe un procedimiento para inhibir o eliminar la neblina ácida que se forma sobre las celdas electrolíticas en procesos de electroobtención (EO), durante la recuperación de cobre desde soluciones acuosas ácidas provenientes de los procesos de Lixiviación (LIX) y Extracción por Solventes (SX), en la Hidrometalurgia del Cobre. Específicamente, corresponde a un procedimiento para inhibir o eliminar la formación de neblina ácida que se genera sobre celdas electrolíticas de obtención de metales mediante la utilización de un agente tensoactivo constituido por macromoléculas del tipo Saponinas Triterpénicas no espumantes, contenido en el Extracto de Quillay (obtenido del árbol Quillaja saponaria Molina), formado por átomos de Carbono, Hidrógeno y Oxígeno, y soluble en electrolitos ácidos del tipo Ácido Sulfúrico que contienen cobre en solución.



## MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente solicitud está dirigida a un procedimiento para inhibir o eliminar la neblina ácida que se forma sobre las celdas electrolíticas en procesos de electroobtención (EO), durante la recuperación de cobre desde soluciones acuosas ácidas provenientes de los procesos de Lixiviación (LIX) y Extracción por Solventes (SX), en la Hidrometalurgia del Cobre. Específicamente, corresponde a un procedimiento para inhibir o eliminar la formación de neblina ácida que se genera sobre celdas electrolíticas de obtención de metales mediante la utilización de un agente tensoactivo constituido por macromoléculas del tipo Saponinas Triterpénicas no espumantes, contenido en el Extracto de Quillay (obtenido del árbol Quillaja saponaria Molina), formado por átomos de Carbono, Hidrógeno y Oxígeno, y soluble en electrolitos ácidos del tipo Acido Sulfúrico que contienen cobre en solución.

### ARTE PREVIO

La recuperación de cobre desde minerales vía procesos de Lixiviación (LIX), Extracción por Solventes (SX) y Electroobtención (EO) es ampliamente conocido, ver patente U.S. Pat. N° 4.484.990 (Bultman et al.)

Generalmente los minerales oxidados de cobre se disuelven ó lixivian con soluciones acuosas ácidas lo que genera un licor con cobre disuelto. La solución acuosa (PLS), se contacta con un solvente orgánico inmiscible en agua que contiene un agente de intercambio iónico selectivo para el cobre. En esta misma etapa, las fases orgánica (cargada en cobre) y acuosa (descargada en cobre) son separadas en decantadores.

Luego, se reextrae el cobre contenido en la fase orgánica cargada contactándola con una solución acuosa de bajo contenido en cobre y alta acidez llamada electrolito pobre, proveniente del proceso EO. La solución acuosa cargada en cobre (que fuera obtenida de la fase orgánica) se denomina usualmente Electrolito Rico. El cobre contenido en este electrolito se recupera en forma purificada vía el proceso de EO. La solución remanente con bajo contenido en cobre denominada Electrolito Pobre, se recircula a SX para que, en una operación en continuo y circuito cerrado, siga recuperando el Cobre desde el orgánico cargado.

El Proceso de EO, a través de la aplicación de corriente eléctrica, permite depositar cobre elemental en los cátodos. Producto de las reacciones electroquímicas en el



ánodo, se generan grandes cantidades de oxígeno gaseoso en el área superficial (caras) de los ánodos insolubles y en mucho menor proporción, cloro gaseoso. La evolución de estos gases, forma burbujas en la interfase ánodo/electrolito, que al ascender hacia la superficie del electrolito en contacto con el aire atmosférico, revientan y arrastran electrolito de alta acidez, lo que expulsado al aire, conforma una neblina fina de pequeñas gotas tipo spray, que se esparcen sobre las celdas electrolíticas a través de toda la nave EO. Esta neblina ácida causa, entre otros:

a) riesgo en la salud de los operadores al afectar el sistema respiratorio, ojos y piel, b) corrosión a las estructuras metálicas de la nave EO, c) deterioro en los sistemas de instrumentación y d) contaminación ambiental en los alrededores de la planta SX/EO. Para disminuir los efectos dañinos de la neblina ácida generada en plantas EO, se aplican diversos agentes físicos y químicos.

Entre los agentes físicos más comunes, se destaca el empleo de bolitas flotantes de diferente tamaño, de polipropileno, huecas o compactas que promueven la coalescencia de las burbujas que al reventar generan la neblina ácida. Estos materiales, se incorporan sobre el electrolito, hasta en tres capas inmediatamente sobre su superficie.

Entre otros agentes físicos utilizados para disminuir el impacto y el daño de la neblina ácida, sobre los aspectos indicados anteriormente, se puede citar lo divulgado en las Patentes de Invención Chilenas N° 35.991 y N 36.367. En ellas se presenta y describe un equipo coalescedor de burbujas de gas generadas en uno de los electrodos inmerso en un determinado electrolito. Para ello se fija un deflector que sobresalga del electrolito por la zona superior del electrodo. Este deflector dispone de aberturas para expulsar las burbujas de gas hacia una zona desde donde se transportan por medios apropiados. Por otra parte, la Patente de Invención Chilena N° 39.673, presenta un dispositivo que permite cubrir herméticamente la superficie del electrolito y dispone de una abertura para la evacuación del conjunto electrolito y neblina ácida.

Los agentes físicos enunciados para disminuir la neblina ácida en procesos electrolíticos de recuperación de cobre, tienen la desventaja de actuar sobre las burbujas de gas ya formadas introduciendo importantes modificaciones en la nave EO, que pueden afectar parámetros operativos, tales como, corrosión localizada de cátodos permanentes, estabilidad mecánica de los electrodos, problemas críticos en el despegue, defectos en el borde superior del cátodo producido, etc. Además, el costo



asociado a estas modificaciones y su mantención puede en varios casos, significar grandes inversiones con incrementos importantes en los costos de operación.

Entre los agentes químicos utilizados para disminuir el impacto y daño de la neblina ácida, sobre los aspectos indicados anteriormente, se puede citar lo divulgado en la Solicitud de Patente de Invención Chilena N° 580-95, que presenta y describe un tensoactivo fluoro-alifático suministrado a un electrolito acuoso ácido que disminuye la tensión superficial de las burbujas de gas generado en el electrodo anódico. En un proceso EO esta disminución en la tensión superficial estabiliza las burbujas y minimiza la generación de neblina ácida. La Patente US 5,468,353, presenta y describe un procedimiento similar para disminuir la neblina ácida, mediante la adición de un tensoactivo fluoro-alifático, que permite también disminuir la generación de neblina ácida desde un electrolito ácido en un proceso EO.

Sin embargo, los agentes químicos tensoactivos del tipo fluoro-químicos, son de altísimo costo unitario y pueden en algunos casos afectar los tiempos de separación de fases en el Proceso de SX, generando serios problemas operacionales. La Patente US 5,468,353, sugiere operar a altas temperaturas.

De esta forma, surge la necesidad de crear un procedimiento que supere las desventajas presentes en el arte previo. Es así como el procedimiento propuesto a través de la utilización de los agentes químicos tensoactivos, como el Extracto de Quillay (Quillaja saponaria Molina), permite disminuir la neblina ácida en procesos EO de recuperación de cobre en contraste con los agentes físicos, presentando la ventaja de actuar sobre la formación de burbujas de gas, para lo cual, prácticamente no se necesita introducir modificaciones a la nave EO, para lograr que dichos agentes tensoactivos tengan una incidencia prácticamente nula con los parámetros de proceso y operación.

Adicionalmente, el procedimiento descrito presenta la ventaja, sobre los agentes físicos, de que el tensoactivo de tipo Saponina Triterpénica utilizado en esta invención es soluble en el electrolito y no interfiere con las operaciones de SX, como por ejemplo, impactando en la separación de fases después de las etapas de extracción, lavado y reextracción.



Con dosificaciones adecuadas del Extracto de Quillay para disminuir la neblina ácida a niveles exigidos por la norma ambiental, no necesariamente se forma un "colchón de espuma" sobre la superficie del electrolito durante el proceso EO.

El procedimiento de la presente invención disminuye la formación de neblina ácida con insignificante generación de espuma sobre las esferas de polietileno dispuestas sobre la superficie en las celdas electrolíticas.

El extracto de quillay usado en la presente invención se deriva de la extracción acuosa del árbol Quillaja saponaria Molina, endémico de Chile. Los extractos acuosos no refinados de quillay contienen, entre otros, saponinas triterpénicas, azúcares, proteínas, mucílagos, polifenoles y sales. Las saponinas triterpénicas contenidas en el extracto de quillay utilizadas en la presente invención son tensoactivos de origen natural capaces de estabilizar las burbujas de gas generadas en el ánodo, disminuyendo la neblina ácida.

#### **BREVE DESCRIPCION DE LAS FIGURAS**

Figura 1: representa un gráfico del caso 3, ejemplo de aplicación a nivel industrial del procedimiento de la invención, en donde (1) representa los aerosoles en el banco 1, (2) representa los aerosoles en el banco (2) y (3) la dosificación del aditivo suministrado a EO compuesto por Extracto Refinado de Quillay diluido en Electrolito Rico.

Figura 2: representa un gráfico del caso 3, ejemplo de aplicación a nivel industrial del procedimiento de la invención, en donde (4) representa la dosificación del aditivo suministrado a EO compuesto por Extracto Refinado de Quillay diluido en Electrolito Rico, (5) representa los aerosoles en el banco 4 y (6) representa los aerosoles en el banco 3.

Figura 3: representa un gráfico del caso 3, ejemplo de aplicación a nivel industrial del procedimiento de la invención, en donde (7) representa la dosificación del aditivo suministrado a EO compuesto por Extracto Refinado de Quillay diluido en Electrolito Rico, (8) representa los aerosoles en el banco 6 y (9) representa los aerosoles en el banco 5.

Figura 4: representa un gráfico del caso 2, ejemplo de aplicación a nivel semi-industrial del procedimiento de la invención, en donde (10) representa la dosificación del aditivo





suministrado a EO compuesto por Extracto Refinado de Quillay diluido en Electrolito Rico y (11) representa la disminución de aerosoles en la celda de EO con uso de aditivo que contiene Extracto Refinado de Quillay.

Figura 5: representa un gráfico del caso 2, ejemplo de aplicación a nivel semi-industrial del procedimiento de la invención, en donde (12) representa la temperatura del electrolito en la celda de EO y (13) representa la disminución de aerosoles en la celda de EO con uso de aditivo que contiene Extracto Refinado de Quillay.

Figura 6: representa un gráfico del caso 2, ejemplo de aplicación a nivel semi-industrial del procedimiento de la invención, en donde (14) representa la concentración de cobre y (15) representa la disminución de aerosoles en la celda de EO con uso de aditivo que contiene Extracto Refinado de Quillay.

Figura 7: representa un gráfico del caso 1, prueba piloto de aplicación del procedimiento de la invención, en donde (16) representa la dosificación del aditivo suministrado a EO compuesto por Extracto Refinado de Quillay diluido en Electrolito Rico y (17) los aerosoles presentes.

Figura 8: representa un gráfico del caso 1, prueba piloto de aplicación del procedimiento de la invención, en donde (18) representa la temperatura de electrolito en la celda y (19) los aerosoles presentes, para dosificación del aditivo suministrado a EO compuesto por Extracto Refinado de Quillay diluido en Electrolito Rico.

Figura 9: representa un gráfico del caso 1, prueba piloto de aplicación del procedimiento de la invención, en donde (20) representa la ley de cobre y (21) los aerosoles presentes, para dosificación del aditivo suministrado a EO compuesto por Extracto Refinado de Quillay diluido en Electrolito Rico.

Figura 10: representa la estructura molecular de las saponinas triterpénicas contenidas en los Extractos Refinados de Quillay.



## DESCRIPCION DE LA INVENCION

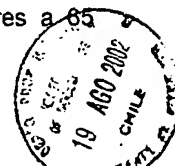
El procedimiento para disminuir, inhibir o eliminar la formación de neblina ácida en procesos de electro-obtención (EO), preferentemente electro-obtención de cobre, de la presente invención, consiste principalmente en agregar Extracto de Quillay del tipo QL-Ultra, obtenido del árbol Quillaja saponaria Molina y producido por la Empresa Natural Response Quilpue, Chile, NR, en cantidad suficiente para disminuir, inhibir o eliminar dicha neblina ácida que se forma durante el proceso EO. La adición se realiza a la solución electrolítica de EO de manera de alcanzar una concentración de saponinas entre 0,3 a 10,0 ppm, en el electrolito EO, siendo este rango de concentración suficiente para estabilizar las burbujas de gas generadas en el ánodo y así disminuir, inhibir o eliminar la neblina ácida en el proceso de EO.

Durante el proceso de SX-EO de cobre catódico, es necesario mantener la dosis deseada de surfactante en el electrolito, adicionando el aditivo que contiene Extracto de Quillay en forma continua o intermitente.

Las saponinas triterpénicas tienen como estructura base del triterpeno ácido quillaico, substituido en la posición 3 con un di ó tri-sacárido y en la posición 28 por un oligosacárido a través de un residuo de fucosa, al cual están unidos uno o dos grupos acilo, ver Figura 10. El extracto de Quillay se puede adicionar a EO en forma diluida como aditivo al electrolito, o bien en forma concentrada directamente al flujo acuoso que ingresa continuamente a las celdas EO, o bien en otra localización, tal como, vertederos de la etapa de reextracción en SX, estanques de electrolitos, u otros.

De singular importancia resulta mencionar que el surfactante de tipo Saponina Triterpénica contenida en el extracto de quillay de conveniencia de alta pureza (refinado) que se adiciona al Electrolito del Proceso EO bajo el procedimiento de la presente invención, no interfiere en: a) Proceso SX en relación a: cinética, tiempo de separación de fases y características de la fase orgánica en sus etapas de extracción, lavado y reextracción, y, b) Proceso EO en relación al electrolito en el cual es completamente soluble y estable y c) Calidad física y química de los Cátodos producidos.

Asimismo, el surfactante contenido en el Extracto de Quillay utilizado en el procedimiento descrito en la presente invención, disminuye la tensión superficial del electrolito (base ácido sulfúrico) en el proceso EO, desde valores inferiores a 65



dinas/cm, en el rango de 50 a 60 dinas/cm, a temperaturas del electrolito @ 30° a 50°C, dependiendo de la dosificación del aditivo suministrado a EO compuesto por Extracto Refinado de Quillay diluido en Electrolito Rico. Esto se debe a que el surfactante contenido en el Extracto de Quillay es aquel que estabiliza las burbujas de gas que se generan en el electrodo anódico durante el proceso EO, al punto tal, que el electrolito atrapado en la burbuja dreña desde la burbuja que revienta lentamente cuando alcanza la superficie del electrolito y no revienta abruptamente como en electrolitos sin tensoactivo, disminuyendo la formación de neblina ácida.

### EJEMPLOS

Los siguientes ejemplos son mostrados en carácter de un mejor entendimiento de la presente invención y no deben ser interpretados como limitantes a los alcances y objetivos de la misma.

Ejemplo 1. Efecto del Extracto Refinado de Quillay en la Eficiencia de Corriente y Calidad Catódica. Pruebas a Nivel de Laboratorio.

Experimentos de electrodeposición de cobre a nivel de laboratorio fueron realizados utilizando electrolito industrial y celdas electrolíticas EO de pequeño tamaño de 750 ml, usando una determinada configuración experimental. Se usaron un cátodo de acero inoxidable (64 x 120 mm) y dos ánodos de plomo (64 x 20 mm). El cobre se depositó en ambas caras del cátodo, que tenía un área disponible total de 125.9 cm<sup>2</sup>. La composición química del electrolito que entra y sale de la celda electrolítica se muestra en Tabla 1. Esta composición química representa a electrolitos típicos usados en operaciones de Procesos de EO.



Tabla 1. Composición Química Electrolito Industrial de la Planta Electrobtención de Cobre usado en Pruebas de Laboratorio

Composición Química	Entrada	Salida
$\text{Cu}^{2+}$ (g/l)	45	35
$\text{H}_2\text{SO}_4$ (g/l)	165	175
$\text{Fe}^{3+}$ (g/l)	1,7	1,7
$\text{Co}^{2+}$ (ppm)	140	140
$\text{Cl}^-$ (ppm)	27	27

En todos los experimentos, el cobre se depositó durante 6 horas con una densidad de corriente constante igual a  $300 \text{ A/m}^2$ . La temperatura del electrolito de la celda se mantuvo constante en  $44^\circ\text{C}$  recirculando la solución a través de un intercambiador de calor. El electrolito del estanque de alimentación fue continuamente bombeado a la celda electrolítica para mantener constante su composición química mostrada en la Tabla 1. El Extracto Refinado de Quillay fue agregado a la concentración deseada en la solución acuosa de la celda electrolítica y en el estanque de alimentación. La eficiencia de corriente se calculó como el aumento en masa de cátodos y fue reproducible en diferentes experimentos repetitivos con un margen de error @  $\pm 0,5 \%$ .

La Tabla 2 muestra el efecto de la dosificación suministrada de Extracto Refinado de Quillay (producto QL-Ultra, NR Quilpué) y concentración de Saponinas Triterpénicas en el Electrolito sobre la eficiencia de corriente y características morfológicas del depósito de cobre en los cátodos electrobttenidos. Las características morfológicas de los depósitos de cobre fueron analizadas mediante microscopía electrónica. Los resultados indican que la adición del Extracto Refinado de Quillay no afecta la eficiencia de corriente, ni las características morfológicas del cobre depositado en los cátodos.



Tabla 2. Efecto Concentración Saponinas Triterpénicas sobre la Eficiencia de Corriente y Características Morfológicas Depósitos de Cobre en el Cátodo EO.

Dosificación Suministrada Extracto Refinado Quillay (ppm)	Concentración Saponinas Triterpénicas (ppm)	Eficiencia Corriente %	Características Morfológicas Depósito Cobre en Cátodos Electrobttenidos
1	0,18	94,3	Suave, sin nódulos
3	0,54	94,7	Suave, sin nódulos
5	0,90	94,5	Suave, sin nódulos
10	1,80	94,3	Suave, sin nódulos
20	3,60	94,3	Suave, sin nódulos

Ejemplo 2. Efecto del Extracto Refinado de Quillay en la Disminución de Neblina Acida. Pruebas a Nivel de Planta Piloto.

La Planta Piloto consta de Procesos SX y EO. El Proceso SX cuenta con dos etapas de Extracción: E-1 y E-2, una de Lavado: W-1; y una de Reextracción S-1. El orgánico es el mismo usado en Planta Industrial y es recirculado continuamente. El inventario total de orgánico es @ 650 litros. El inventario total de electrolito @ 3500 litros. El PLS tiene la misma composición química del utilizado a nivel Industrial. El Refino es descartado y devuelto a Pilas de Lixiviación. El Avance obtenido en la etapa de reextracción, S-1, se filtra para recuperar el orgánico arrastrado y luego alimentar el Proceso de EO. El orgánico cargado obtenido en E-1 es llevado a un coalescedor y posterior decantador para recuperar el arrastre de acuoso antes de ingresar a lavado. El Lavado del orgánico tiene por objeto descargar del orgánico elementos arrastrados que afectan negativamente al Proceso EO.

El Proceso EO cuenta con dos celdas cuyas dimensiones son 1,24 m ancho, 0,70 m largo y 1,50 m profundidad. Están compuestas por dos cátodos y tres ánodos similares a los usados en la planta industrial cada una y el nivel de electrolito es de 1,40 m. Los cátodos usados son de acero inoxidable de 1m<sup>2</sup> de área útil con aisladores laterales de PVC y los ánodos son de Pb-Ca-Sn. El flujo de electrolito a cada celda es 14 l/min con



un tiempo de residencia aproximado de 2,26 horas. Los ciclos de cosecha varían de 5 a 7 días y se opera con densidad de corriente variable entre: 250 a 275 A/m<sup>2</sup>. La temperatura media del electrolito es 45° C.

Tabla 3. Características Químicas Promedio Electrólito a EO.

Cobre, Cu <sup>2+</sup> , gpl	40	Manganeso, ppm	10
Ácido Sulfúrico, gpl	180	Cloro, ppm	20
Cobalto, ppm	200	Sílice, ppm	50
Hierro Total, FeT, ppm	800	Aluminio, ppm	120
Fe <sup>2+</sup> , ppm	40	Potencial, mV	500

La dosificación del aditivo que se suministra a EO, se realiza utilizando 14 litros de Electrolito Rico al que se agrega el producto QL-Ultra que consiste en Extracto Refinado de Quillay, que permitió suministrar durante 24 horas continuas el aditivo a una tasa de 10 cm<sup>3</sup>/min vía bomba peristáltica y controlando el flujo de aditivo en forma periódica. Mediciones de Tensión Superficial se realizan al electrolito EO con un Tensiómetro marca KRUSS, modelo N° 02221. El anillo de platino se sumerge en un volumen adecuado de electrolito, que se desea medir, @ 30 ml, (éste valor no influye en la medición). Se levanta el anillo lentamente desde electrolito por aplicación de una fuerza externa. La fuerza necesaria para separar el anillo completamente del electrolito es la que determina su tensión superficial. La máxima fuerza alcanzada por unidad de longitud es la tensión superficial buscada. Mediciones de Aerosoles Ácidos se realizan a la Neblina Ácida localizada sobre las celdas electrolíticas EO, vía Equipo marca MIE, modelo pDR-1000, que determina instantáneamente el valor de aerosoles en suspensión en µg aerosoles/m<sup>3</sup> aire. El procedimiento de medición consiste en realizar



medición durante 30 min. a una altura aproximada de 50 cm sobre las orejas de los cátodos inmersos en electrolito contenido en las celdas electrolíticas de electroobtención de Cobre.

Las principales condiciones del proceso EO en el que se operó sin (Ejemplo 1.) y con Extracto Refinado de Quillay (Ejemplos 2 a 5) se muestran en las Tablas 4 y 5 y Gráfico Caso 1.

Tabla 4. Principales Variables Entrada Proceso EO.

Ejemplo	Flujo Elect. Celdas l/min	Intensidad Corriente, A	Densidad Corriente, A/m2	Voltaje, Volt	Temperatura Electrólito, ° C	Concentración Cu2+ Electrólito, gpl	Acidez, Electrólito, gpl
E1	15,3	1100	275	3,9	50,0	41,4	183,1
E2	13,4	1000	250	4,1	42,0	39,8	186,8
E3	13,2	854	214	3,9	46,0	36,5	184,2
E4	14,1	1075	269	4,1	45,0	41,8	179,8
E5	14,1	1000	250	4,0	45,0	39,7	198,5

Tabla 5. Principales Variables Salida Proceso EO.

Ejemplo	Tensión Superficial, Electrolitos dinas/cm		Temperatura Ambiente, ° C	Emisión Aerosoles, mg/m3 aire	Dosis Extracto Refinado Quillay, en Electrolito ppm
	Entrada	Salida			
E1	62	68	20	3,0	0
E2	65	51	20	2,0	5
E3	52	50	21	1,5	8
E4	52	51	20	0,7	18
E5	43	44	17	0,2	32

### Ejemplo 3. Efecto del Extracto Refinado de Quillay sobre la Disminución de Neblina Ácida. Pruebas a nivel Planta Semi-Industrial

La Planta Semi-Industrial cuenta con 8 celdas, 61 ánodos y 60 cátodos, localizada en la misma Planta Industrial.

Seis de las ocho celdas se encuentran en circuito cerrado con un estanque de acero inoxidable de 30 m<sup>3</sup> capacidad, el cual les suministra el electrolito, que puede ser comercial o scavenger o una mezcla de ambos mientras las 2 celdas restantes quedan en circuito abierto. El estanque cuenta con dos calentadores que permite mantener la



temperatura constante del electrolito en las celdas EO. El flujo promedio de electrolito a las celdas es 14 m<sup>3</sup>/h.

Tabla 6. Condiciones de Operación Promedio, Celdas Semi- Industriales, Proceso EO.

Flujo Retorno Electrolito, m <sup>3</sup> /h	Flujo Retorno Electrolito al Sistema Industrial  m <sup>3</sup> /h	Temperatura Electrolito, °C	Concentración Cobre en Electrolito, gpl	Densidad de Corriente, A/ m <sup>2</sup>
72	28	44	42	285

La dosificación del aditivo que se suministra a EO, se realiza en dos isocontenedores independientes de 1m<sup>3</sup> de capacidad cada uno. Se preparó aditivo considerando el Extracto Refinado de Quillay, QL-Ultra, el que se diluyó en aproximadamente 720 litros de electrolito comercial, para obtener una concentración de 6 ppm de Extracto Refinado de Quillay en el electrolito EO. Se preparó cada 12 horas aditivo que contenía Extracto Refinado de Quillay diluido en electrolito rico utilizando una bomba centrífuga con flujo aditivo Extracto de Quillay/electrolito rico de 1 l/min, lo que permitió mantener una operación continua en la Planta Semi-Industrial.

La medición de Tensión Superficial del electrolito en EO fue realizada con el Tensiómetro marca Fisher, modelo N° 21, medición con anillo platino de 6 cm diámetro. La metodología de medición es similar a la indicada en ejemplo 2.

Mediciones de Aerosoles Acidos a la Neblina Acida se realizan vía Monitor MIE modelos pDR-1000 y pDR-1200. Ambos determinan instantáneamente el valor de aerosoles en suspensión en µg aerosoles/m<sup>3</sup> aire. La diferencia entre el modelo pDR-1000 y pDR1200 es que el segundo cuenta con una bomba que da una mayor seguridad en el flujo o volumen medido y permite anexar un sistema que permite medir Neblina Acida. Al igual que caso anterior, el procedimiento de medición consiste en realizar medición durante 30 min a una altura aproximada de 1,50 m sobre los cátodos.

Se realizaron pruebas de contrastación para la medición de Acido Sulfúrico contenido en el aerosol ácido determinado por el MIE usando el método de tubos de sílica gel y





análisis por cromatografía iónica. Los valores MIE/tubos sílica son consistentes y correspondientes. Esto significa que @ 60 a 80% del aerosol medido con el MIE es neblina ácida a la forma de ácido sulfúrico.

Las principales condiciones de operación del Proceso EO en el que se operó sin (Ejemplo 1) y con Extracto Refinado de Quillay (Ejemplos 2 a 4) se muestran en la Tabla 7 y Gráfico Caso II.

Tabla 7. Principales Variables Salida Proceso EO

Ejemplo	Dosificación Aditivo sin/con Extracto Refinado Quillay, ppm	Tensión Superficial, Electrolitos dinas/cm		Temperatura, ° C		Aerosoles Punto1, mg/m3 aire		Aerosoles Punto2, mg/m3 aire	
		Entrada	Salida	Electrolito	Ambiente	S/E	C/E	S/E	C/E
E1	0	51	62	43	22	1,1	-	2,9	-
E2	1	50	49	40	10	1,9	1,6	2,7	2,3
E3	4	62	52	41	20	2,3	1,2	3,4	2,5
E4	6	61	63	41	17	0,7	0,4	1,3	0,9

Nota: Puntos 1 y 2 zonas pasillo y extractores centrales Planta Semi-Industrial, respectivamente.

Ejemplo 4. Efecto del Extracto de Quillay sobre la Disminución de Neblina Ácida. Aplicación a Nivel Industrial.

La Nave Industrial de EO en consideración, tiene una capacidad de producción de 300.000 toneladas de Cobre fino año y consiste de un edificio de 493 m de largo por 40 m de ancho. Esta nave, utiliza 984 celdas de concreto polimérico con disposición back to back, divididas en seis bancos en los cuales 128 celdas corresponden al circuito scavenger y 856 como celdas comerciales. Cada celda, está compuesta por 61 ánodos y 60 cátodos. La distancia entre electrodos es de 100 mm, los ánodos son de Plomo-Calcio-Estaño laminados, el área de depósito catódico de 1 m<sup>2</sup> y el ciclo de cosecha de 6 a 7 días. La planta cuenta con seis transformadores/rectificadores con corriente máxima de 35.000 amperes.

La planta utiliza la tecnología Kidd de cátodos permanentes, disponiendo de tres máquinas despegadoras. Complementariamente, se utilizan cuatro puentes grúa Femont y un sistema de remoción de neblina ácida de diseño Desom. Los puentes grúas automatizados, operan programados con enlaces con la despegadora. Tienen incorporados telemetría láser, detector de cortocircuitos con sensores infrarrojo, lavado



de contactos de barras equipotenciales, muestreo de cátodos, detector de personas y bandejas antigoteo.

Los cátodos cosechados, pasan por una estación de rechazo de productos que no satisfacen la calidad física, en tanto los cátodos aceptados siguen a una estación de muestreo y luego a una estación de corrugado en forma alternada en donde finalmente se preparan paquetes para ser embarcados en camiones y enviados a puerto y desde allí a su destino final.

El flujo promedio de electrolito rico suministrado alimentación a las celdas EO es de 15 m<sup>3</sup>/h. El volumen útil de cada celda es 10 m<sup>3</sup> con lo que se obtiene un tiempo de residencia medio del electrolito en la celda EO de 40 minutos. El inventario total de electrolito es cercano a los 27.000 m<sup>3</sup>.

Las Condiciones de Operación Promedio Proceso EO se muestran en la Tabla 8.

Tabla 8. Condiciones de Operación Promedio Proceso EO Celdas Comerciales, Proceso EO.

FLUJO ELECTROLITO, m <sup>3</sup> /h		FLUJO DESCART E ELECTROL m <sup>3</sup> /h	TEMPERATURA ELECTROLITO, °C		CONCENTRACIÓN Cu ELECTROLITO, gpl			DENSIDAD DE CORRIENTE, A/m <sup>2</sup>		
SCAVENGER	COMERCIALES		SCAV.	COMER.	SCAV	COMER	SPENT	BANCO 1-2	BANCO 3-4	BANCO 5-6
2355 ± 58	12097 ± 333	26.8 ± 2	38.9 ± 1	45.2 ± 0.5	53.2 ± 1.8	40.8 ± 1.2	38.7 ± 1	268 ± 27	268 ± 25	275 ± 24

Esta vez no se dosificó el aditivo Extracto Refinado de Quillay con Electrolito de Planta para suministrar a EO sino que se adicionó el Extracto Refinado de Quillay QL-Ultra directamente al electrolito que alimenta el circuito celdas comerciales vía bomba de inyección a la línea principal de suministro de electrolito. La medición de Tensión Superficial fue realizada con el Tensiómetro marca Fisher, modelo N° 21, medición con anillo platino de 6 cm diámetro. La metodología de medición es similar a la indicada en ejemplo 2.

Mediciones de Aerosoles Acidos a la Neblina Acida se realizan vía Monitor MIE modelos pDR-1000 y pDR-1200. Ambos determinan instantáneamente el valor de aerosoles en suspensión en ug aerosoles/m<sup>3</sup> aire. La diferencia entre el modelo pDR-



1000 y pDR1200 es que el segundo cuenta con una bomba que da una mayor seguridad en el flujo o volumen medido y permite anexar un sistema que permite medir Neblina Ácida. Al igual que caso anterior, el procedimiento de medición consiste en realizar medición durante 30 min. a una altura aproximada de 1,50 m sobre los cátodos.

Se fijó como punto de medición de aerosoles las dos celdas centrales de cada banco y en éstas los puntos medios. De esta forma se tienen dos valores los cuales se promedian para obtener el valor final por Banco.

Las principales condiciones de operación promedios del Proceso EO con Extracto Refinado de Quillay durante las mediciones de neblina ácida, se muestran en Tabla 8A, 8B y Gráfico Caso III.

Tabla 8 A. Principales Variables Entrada Proceso EO.

Ejemplo	Temperatura Electrolito, ° C	Densidad Corriente, A/m <sup>2</sup>		
		Bco 1-2	Bco 3-4	Bco 5-6
E1	45,5	286	285	288
E2	45,4	275	275	285
E3	45,1	288	288	288
E4	44,7	244	244	253

Tabla 8 B. Principales Variables Salida Proceso EO.

Ejemplo	Concentración Extracto Refinado de Quillay en el electrolito, ppm	Tensión Superficial Electrolitos, dinas/cm		Neblina Ácida sobre Celdas EO Aerosoles, mg/m <sup>3</sup> aire					
		Avance	Spent	Banco 1	Banco 2	Banco 3	Banco 4	Banco 5	Banco 6
E1	2,8	60,8	60,6	0,6	1,4	1,3	1,8	1,4	1,5
E2	6,0	61,2	62,3	0,5	1,0	0,9	1,2	1,3	1,2
E3	8,0	56,8	55,7	0,4	0,8	0,6	1,0	0,6	1,0
E4	8,0	55,7	54,4	0,3	0,6	0,3	0,7	0,4	0,5



## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para inhibir o eliminar la neblina ácida generada en procesos de electroobtención de cobre CARACTERIZADO porque comprende la adición de un surfactante soluble derivado del árbol Quillaja saponaria Molina al electrolito desde el cual se recuperará el cobre.
2. Procedimiento para inhibir o eliminar la neblina ácida de acuerdo a la reivindicación 1, CARACTERIZADO porque el derivado del árbol Quillaja Saponaria Molina, corresponde de preferencia a Extracto de Quillay en cualquiera de sus formas.
3. Procedimiento para inhibir o eliminar la neblina ácida de acuerdo a la reivindicación 2 CARACTERIZADO porque dicho extracto de quillay contiene una mezcla heterogénea de saponinas triterpénicas, consistentes en un núcleo triterpénico, con cadenas de azúcares unidas en los carbonos 2 y 28 del triterpeno.
4. Procedimiento para inhibir o eliminar la neblina ácida de acuerdo a la reivindicación 3 CARACTERIZADO porque dichas saponinas triterpénicas se agregan en una cantidad de 0,3 a 10,0 ppm al electrolito, disminuyendo su tensión superficial a valores inferiores a 65 dinas/cm para un rango de temperatura del electrolito entre 30° a 50°C.



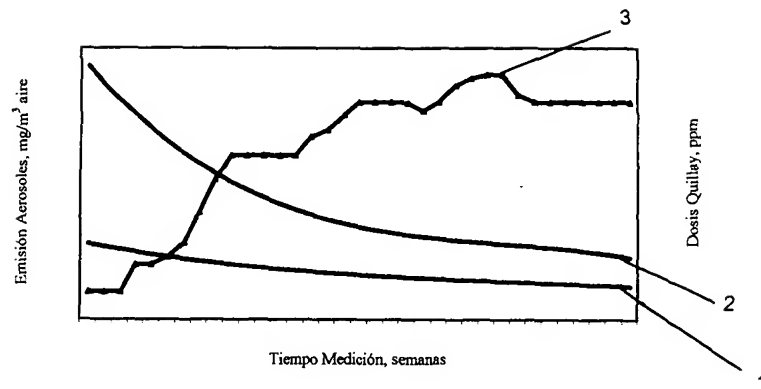


FIGURA 1

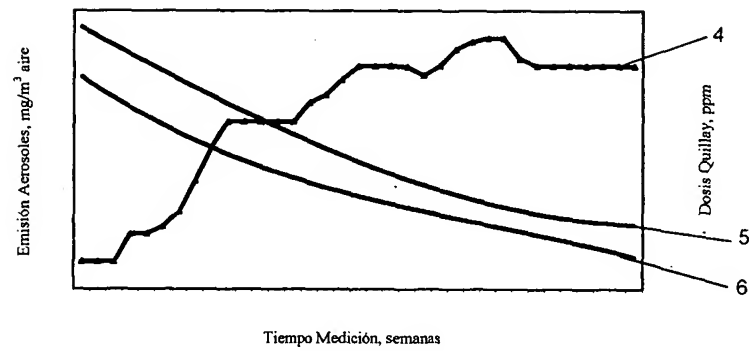


FIGURA 2

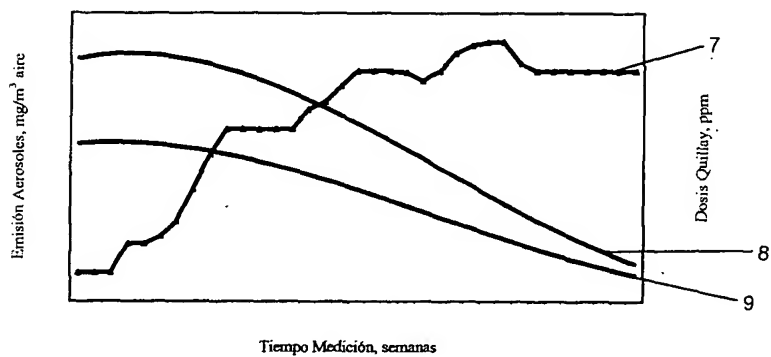
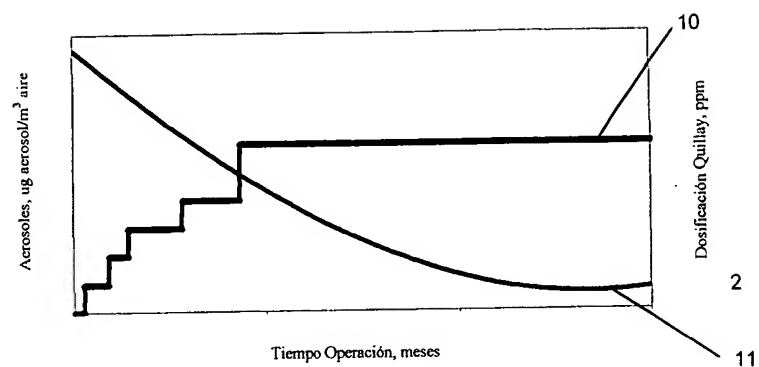
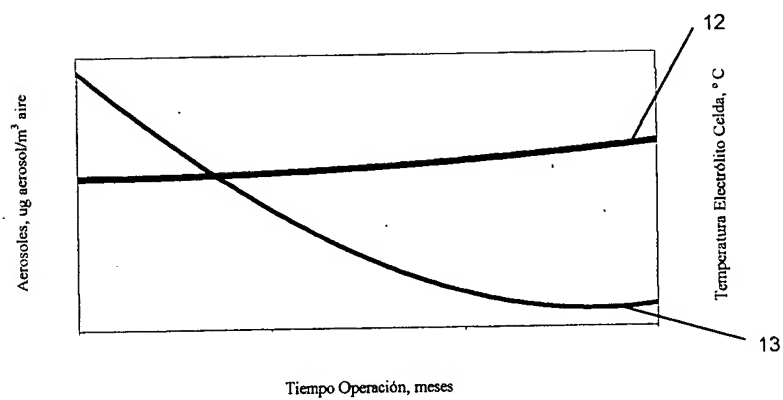


FIGURA 3

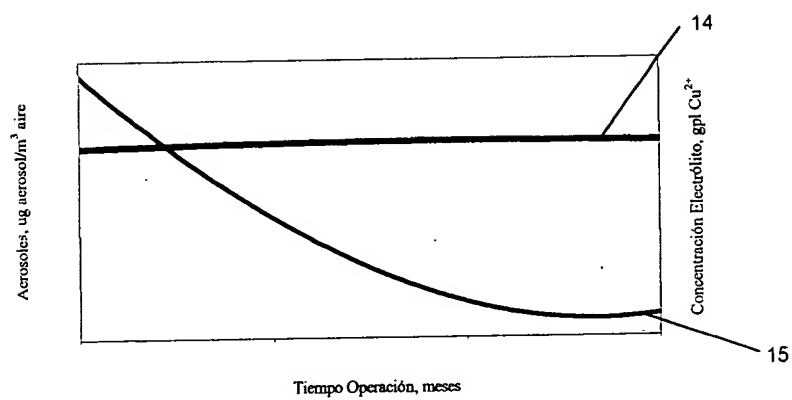




**FIGURA 4**



**FIGURA 5**



**FIGURA 6**



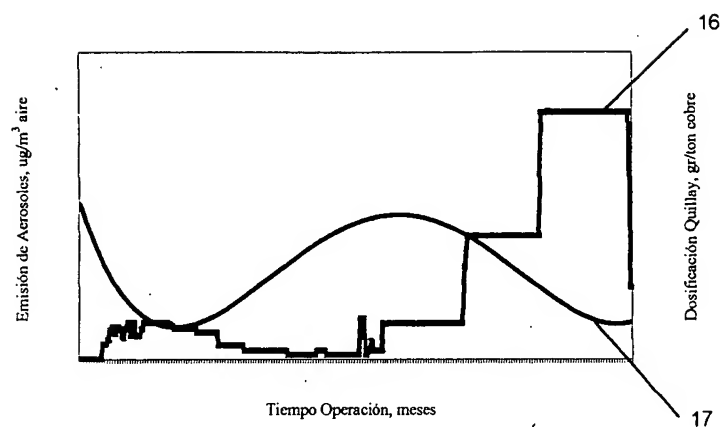


FIGURA 7

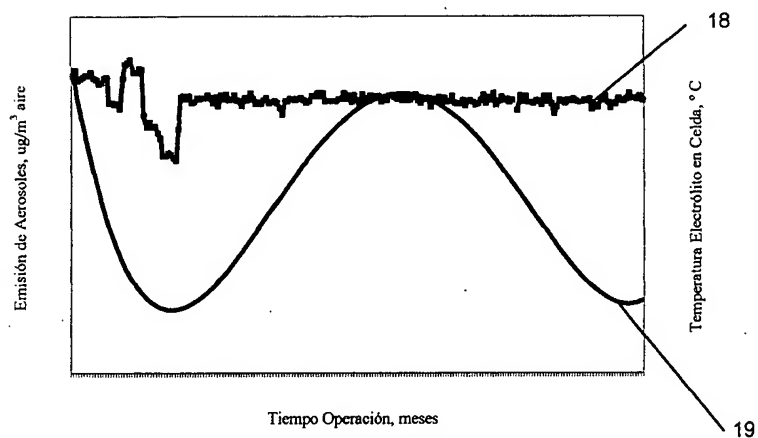


FIGURA 8

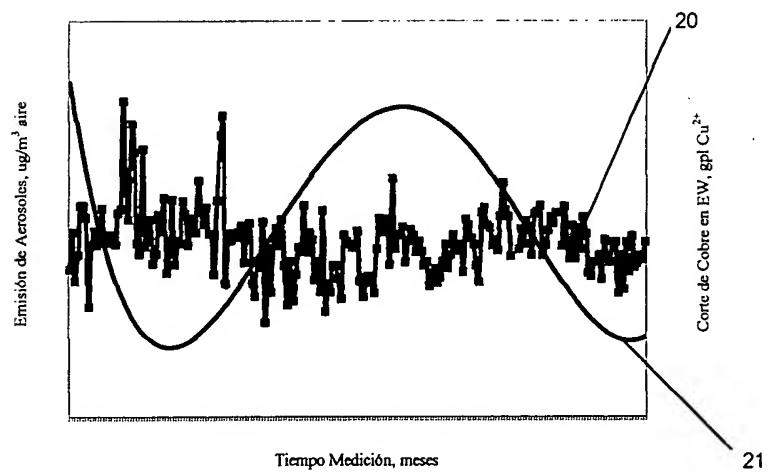


FIGURA 9



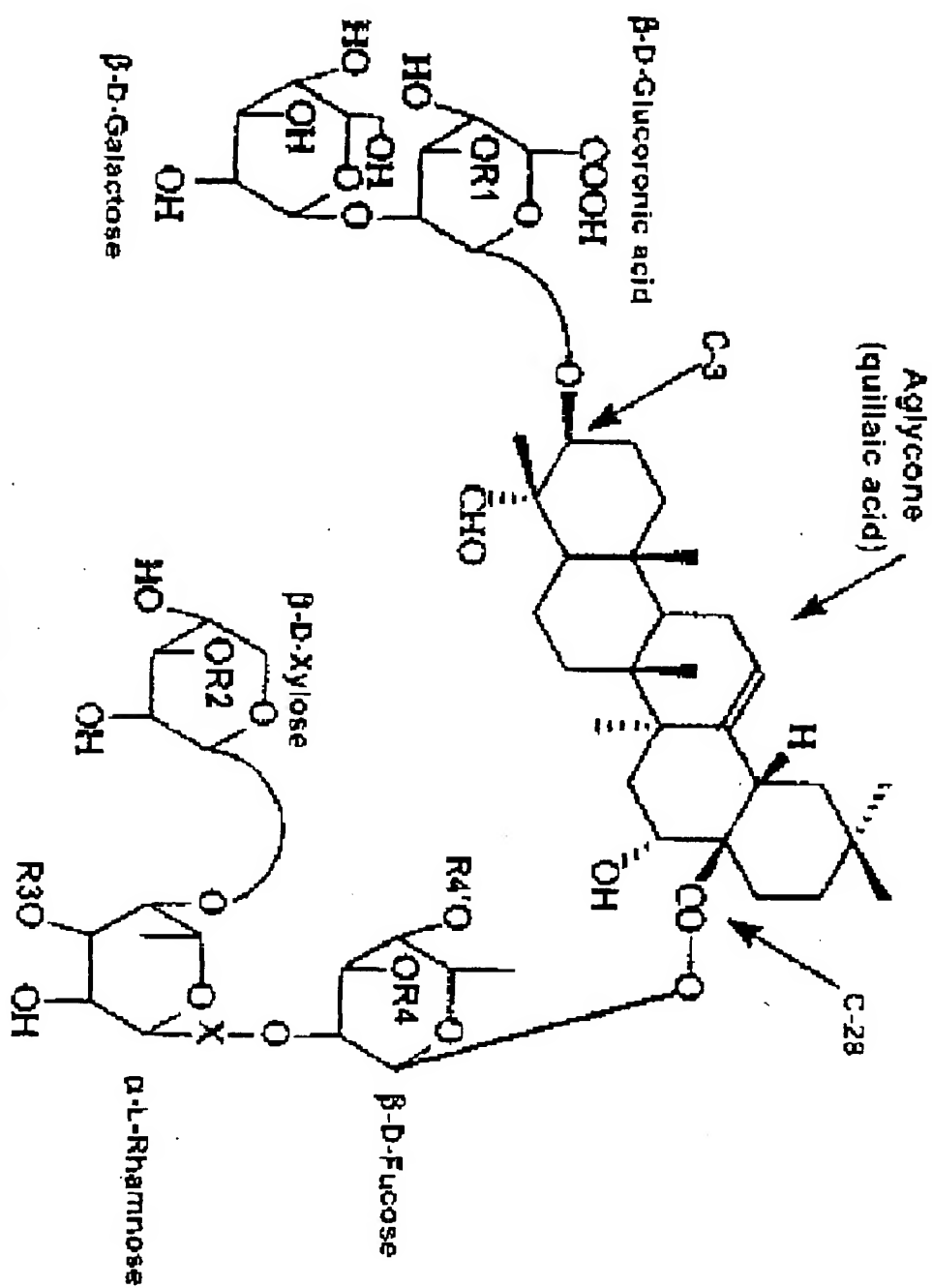


FIGURA 10

